Rev. CO072003

水系サイズ排除クロマトグラフィー用カラム

TSKgel SuperMultiporePW-N
TSKgel SuperMultiporePW-M
TSKgel SuperMultiporePW-H
TSKgel SuperOligoPW

取扱説明書

TOSOH
東ソー株式会社

ご使用の前に

- この製品を使用する前に，必ずこの取扱説明書をよくお読みのうえご理解ください．
- この取扱説明書は，いつも手元においてご使用ください．
- 製品本来の使用方法及び取扱説明書で指定した使用方法を守ってください．
- この取扱説明書の安全に関する指示に対しては，指示内容を理解のうえ，必ず従ってください．
  以上の指示を厳守してください．
  指示に従わないと，けがや事故の恐れがあります．

【取扱説明書について】

- 取扱説明書の内容は，製品の性能・機能の向上により将来予告なしに変更することがあります．
- 取扱説明書の全部又は一部を無断で転載，複製することは禁止しています．
- 取扱説明書を紛失したときは，弊社営業担当者までお問合せください．
- 取扱説明書の内容に関しては万全を期していますが，万一不審な点や誤り，記載漏れに気づいたときは，お手数ですが巻末の連絡先までご連絡ください．

安全上のご注意

- ご使用の前に，この“安全上のご注意”をよくお読みのうえ正しくお使いください．
- この項目は，いずれも安全に関する内容ですので，必ず守ってください．
- “警告”“注意”の意味は次のようになっています．

⚠ 警告	回避しないと，死亡又は重傷を招く可能性がある状況を示します．
⚠ 注意	回避しないと，軽傷を負うか又は物的損害が発生する危険な状況を示します．

ご使用時

⚠ 警告

● 火気厳禁

- 引火性のある溶媒を使用する場合，火気の使用は厳禁です．火災，爆発の原因になります．

⚠ 注意

● 換気に注意を

- 引火性，毒性のある溶媒を使用する場合，十分換気をしないと火災，爆発，中毒の原因になります．

● 液漏れに注意を

- 溶媒などの液漏れは，感電，中毒，薬傷，火災，腐食などの原因になります．液漏れの場合は，適切な保護具を着用し，液を取り除いてください．

⚠ 注意

● 保護具の着用を

- 有機溶媒や酸などの溶離液を取扱う場合は，保護メガネ，手袋などの保護具をご使用ください．薬傷を負う恐れがあります．

● 取扱いに注意を

- 取扱いが不適切であると，カラムの性能を損なうことがあります．取扱いには十分ご注意ください．

● 適切な使用方法を

- このカラムは分離・精製などに用いるもので，それ以外の目的には使用しないでください．

● 圧力に注意を

- 急激な圧力上昇は，カラムの性能を損なう原因になります．また，カラム材質により破裂，飛散などの可能性がありますので，規定以上の圧力にならないようにご注意ください．適切な保護具を着用し，十分注意して作業を行ってください．

● 分離精製物の取扱いに注意を

- 得られた分離精製物又は精製溶液を製品及び中間体として使用する場合は，十分にその安全性の確認を行ってご使用ください．

● 処分には適切な処置を

- 廃棄する場合は，産業廃棄物として適切な処置を行ってください．

取扱い上のご注意（充てん剤に関する注意）

応急処置	眼に入った場合	• 流水で15分以上洗眼する．その際は瞼を開き水が全面にゆきわたるように行う． • 医師の手当てを受ける．
	皮膚に付着した場合	• 水などで洗い流す．
	吸入した場合	• 空気の新鮮な場所に移動してうがいを行う．
	飲み込んだ場合	• 口腔を水洗し，医師の手当てを受ける．
取扱い及び保管上の注意	火気などの注意	• 火気の使用を禁じ火花の発生を防止するための防爆工具の使用及び接地などを行う．
	換気	• 発散源を密閉する設備又は局所排気設備で換気する．
	取扱い時の保護具	• 取扱いの際は耐油性手袋，保護メガネ及び有機ガス用保護マスク，保護衣，長靴などを着用する．
廃棄上の注意	処分方法	• 廃棄する場合は認定を受けた産業廃棄物処分業者に委託する．
	一般的な留意事項など	• 処分作業は取扱い及び保管上の注意事項に留意して行う．
	処分上の注意	• 焼却処分する場合は窒素酸化物ガス，一酸化炭素を発生するので排ガス対策を行う．

□ 出荷溶媒；蒸留水（0 ℃付近で凍結の可能性がありますので保存温度に注意してください）
□ 可燃性充てん剤（ビニル化合物の共重合物）

目　次

1. はじめに …… 1
2. ご使用の前に …… 1
3. カラム各部の名称 …… 1
4. 装置への接続と注意 …… 2
5. カラムの保存方法 …… 3
6. 溶媒の選択 …… 4
7. 使用流速 …… 5
8. 使用温度 …… 6
9. 試料溶液の調製 …… 6
10. 理論段数，非対称係数の測定 …… 7
11. ガードカラム …… 8
12. トラブル発生時の処置法 …… 9
13. 品質規格及び保証 …… 10
14. おわりに …… 10

1. はじめに

TSK-GEL SuperMultiporePW シリーズ及び TSKgel SuperOligoPW は，微粒子化された親水性合成高分子を充てん剤に用いた高性能セミミクロ SEC 充てんカラムで，水溶性高分子，水溶性オリゴマーなどの合成高分子や多糖類などの分析に適しています．

この高性能カラムの性能を十分に発揮させて効果的にご使用いただくために，ご使用の前にこの取扱説明書をよくお読みのうえ，正しくご使用くださいますようお願いいたします．

2. ご使用の前に

まず，こん包状態及びカラムの外観に異常はないか確かめてください．

図 1　こん包外観図

カラムと別に次の品物が入っていますので，ご確認ください．

- 取扱説明書 …… 1 通
- 検査票（INSPECTION DATA）…… 1 通

3. カラム各部の名称

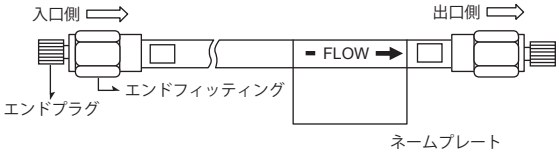

図 2　カラム見取図

4. 装置への接続と注意

4-1　カラム部品の接続方式

TSK-GEL SuperMultiporePW シリーズ及び TSKgel SuperOligoPW はねじ込み方式で，これらのカラムのネームプレートには，品名，Column No. などを記載しています．

4-2　カラムの通液方向

図 2 に示した矢印の方向，すなわちネームプレートの FLOW の矢印のとおりに使用してください．逆方向に長時間通液すると，カラムの性能が低下します．

4-3　気泡の混入防止

カラムを装置に接続する際，又は取りはずす際に，カラム内に空気を入れないよう十分注意を払い，必ず装置の全配管系の気泡を除いた後，カラムを装置に接続してください．カラム内に気泡を入れますとチャネリングなどにより性能が低下します．

4-4　カラムの装着順序

サンプルカラムとリファレンスカラムの両カラム系を装置に接続する場合，必ずリファレンスカラム系を先に取りつけてください．

4-5　カラムの接続

カラムは装置の全配管系の気泡を除いたことを確認して接続します．先に述べたように気泡をカラムに入れないよう注意しながらカラムを正常な通液方向にして，入口側エンドフィッティングと装置を接続してください．

4-6　複数のカラムを接続する場合

4-5 項で接続したカラムの出口側エンドフィッティングを装置の配管系のカラム接続口と考えて，次のカラムを同じ要領で接続してください．

カラムとカラムの接続は，1/16 インチリードパイプを用いて，可能な限りデッドボリュームを少なくしてください．

また，リードパイプは，エンドフィッティングの奥に当たるまで差し込んでおいた状態でフェラルを固定してください．リードパイプとエンドフィッティングとの間にすき間があると，溶媒の流れが乱れ，分離能が低下します．

4-7　測定開始前

カラムの接続終了後，測定を開始しますが，急激な加圧，送液は，カラムの性能が低下しますので避けてください．とくに急激な圧力の立上がりを示す送液ポンプは使用しないでください．

4-8　脈流対策

このカラムは，脈流に対して非常に影響を受けやすいので，十分にご注意ください．送液ポンプは，脈動のないものを選んでください．もし脈動のあるポンプをご使用の場合は，パルスダンパ（アキュムレータ）をポンプ吐出側に接続して，脈流を消去してください．

4-9　測定終了後

4-9-1　測定温度が室温より高い場合

測定終了時，すぐにポンプを止めないで，カラムの温度が 20 ℃～ 30 ℃に下がるまで送液を続けてください．温度が高い状態のままポンプを止めると，溶媒の収縮によりカラム内に気泡を引き込むことがあります．

4-9-2　測定が終了し，翌日も同一カラム系で測定される場合

全配管系の漏れがなければ，カラムを装置に接続したままで，翌日使用されてもかまいません．ただし，次の使用が 3 日以上後になる場合には，**4-9-4** 項に示す操作を行い，カラムを保存してください．

4-9-3　溶媒として塩水溶液を使用していた場合

全配管系を蒸留水又はイオン交換水で洗浄してください．洗浄時は 0.2 mL/min 以下で行ってください．また，洗浄に要する液量は，カラムの内容積分と配管系を置換するために必要な溶媒量以上としてください．

4-9-4　長期保存の場合（3 日以上）

再使用までの期間が比較的長い場合には，**5-1 保存方法**に従ってカラムを保存してください．

5. カラムの保存方法

5-1　保存方法

イオン交換水に置換後，カラムを装置からはずし，両端をカラム納入時と同じようにエンドプラグを使って封をしてください．

5-2　保存時の温度

カラムは 20 ℃～ 30 ℃にて温度変化の小さい場所（恒温室）に保存してください．

カラムを 0 ℃以下に放置した場合には，凍結の可能性があり，カラムの劣化の原因となりますので，絶対に避けてください．

5-3　直射日光

直射日光を避けて保存してください.

5-4　腐食性ガス

腐食性ガスが発生しない安全な場所に保存してください.

6. 溶媒の選択

6-1　使用溶媒への置換

出荷溶媒が蒸留水となっていますので，使用溶媒に置換してご使用ください.

溶媒の置換は，0.2 mL/min 以下で行ってください.

また，頻繁な溶媒交換は，カラムの性能低下を早めますので，できるだけ同一溶媒をご使用ください.

6-2　溶媒の選択

溶媒の選択に当たっては，カラムの安定性，試料の溶解性及び安定性，試料と充てん剤との相互作用の抑制や，装置と溶媒の安定性などを考慮する必要があります.

6-2-1　使用可能な pH 範囲

室温測定における移動相の pH は 2.0 ～ 12.0 と比較的広い範囲で使用可能です. 特にシリカゲルを基材とするＳＷタイプゲル（使用可能 pH 2.5 ～ 7.5）と比較して，pH の高いところでの安定性に特徴があります.

6-2-2　塩水溶液又は緩衝液

水溶液での測定においては，蒸留水のみで測定を行う場合もありますが，イオン性不純物の存在，試料と充てん剤とのイオン的相互作用の抑制などを考慮し，塩水溶液又は緩衝液で測定するのが一般的です.

代表的な使用水溶液を表 1 に示します.

非イオン性試料の多くは，薄い塩水溶液で測定ができます . イオン性試料の測定においては緩衝液を使用するのが一般的です . 通常 , 中性付近の pH で測定しますが , 充てん剤との相互作用が認められる場合には適切な pH を選択することが必要です.

表 1　代表的な使用水溶液

塩水溶液	硫酸ナトリウム水溶液，酢酸ナトリウム水溶液， リン酸ナトリウム水溶液，酢酸アンモニウム水溶液， ギ酸アンモニウム水溶液
緩衝液	リン酸緩衝液，トリス塩酸緩衝液，トリス酢酸緩衝液， クエン酸緩衝液，酢酸緩衝液

なお，塩類の添加による粘度上昇及び温度変化などによる塩の析出を避けるために，水溶液の塩類の濃度は，0.5 mol/L 以下が一般的です．さらに，ステンレスカラムの耐久性及び充てん剤の安定性の面から塩類として，ハロゲンイオンを含むもの（塩化ナトリウム，塩化カリウムなど）は極力避けてください．

もし，このような塩類を用いて測定された場合は **4-9-3** 項に従って，測定終了ごとにカラムの洗浄を行ってください．

6-2-3　有機溶媒

TSK-GEL SuperMultiporePW シリーズは，物理的，化学的に水溶性有機溶媒に対して安定です．水の他に試料によって，メタノール，エタノール，アセトニトリル，ギ酸，ジメチルスルホキシドなどの水溶液での測定が可能です．

有機溶媒の濃度については，充てん剤の膨潤収縮性を考慮して通常 20 %以下を推奨しますが，溶媒交換を注意深く行うことにより，50 %までの高濃度での使用も可能です．有機溶媒の濃度を急激に変化させることはカラム性能の低下の原因になりますので，溶媒交換時には十分に流速を下げて（0.2 mL/min 以下），好ましくはグラジエント法により，徐々に変化させるようにしてください．特に濃度変化の大きい場合（たとえば 0 %→30 %～ 50 %）には,必ずグラジエント法を採用してください．

また，有機溶媒を含む水溶液に塩類を添加する場合には，塩の析出に十分注意してください．

6-3　脱気操作

溶媒の置換時（特に有機溶媒添加系への置換時）及び測定時に，溶媒から発生した気泡が，カラム内に混入することがあります．この気泡の発生を防ぐために，あらかじめ溶離液の脱気は十分に行ってください．

7. 使用流速

使用流速を**表 2** に示しました．通常使用される水溶液での測定で圧力損失は各グレードにより異なります．**表 2** に示す最大流速以上及びカラム一本当たりの最大圧力以上での使用は，絶対に避けてください．

表 2　使用流速及び最大圧力

品　番	品　　名	カラムサイズ 内径(mm)×長さ(cm)	適正流速 (mL/min)	最大流速 (mL/min)	最大圧力 (カラム1本当たり) (MPa)
0022789	TSKgel SuperMultiporePW-N	6.0×15	0.3～0.6	0.6	4.5
0022790	TSKgel SuperMultiporePW-M				2.7
0022791	TSKgel SuperMultiporePW-H				0.9
0022792	TSKgel SuperOligoPW				5.0

8. 使用温度

8-1　使用温度範囲

10 ℃～80 ℃（中性水溶液）でご使用ください．

8-2　加温状態で測定する場合

溶媒はよく脱気してご使用ください．加温状態での測定が終了したらカラムの保護のため，**4-9-1** 項の注意を必ず守ってください．

8-3　加温状態での測定の利点

主として次のような利点があります．

⑴ 溶媒及び試料の粘度が高いときに，加温により粘度をさげることができる．

⑵ 20 ℃～30 ℃での使用のときより理論段数が向上し分離能が高まる．

8-4　室温以下の低温で測定する場合

8-3 項で述べた加温状態での利点と反対の欠点が生じます．また，溶媒及び試料の粘度が高まるため，流速を 20 ℃～30 ℃の場合よりも低くすることが必要です．

9. 試料溶液の調製

9-1　試料調製

溶離液を用いて調製してください．

9-2　試料溶液中に不溶分がある場合

遠心分離又はマイクロポアフィルタ（0.45 μm など）によるろ過精製を必ず行ってください．肉眼では見ることはできなくとも，不溶分が存在する可能性があります．

9-3　試料溶液の組成

試料液の塩濃度，pH，有機溶媒の添加量を溶離液にあわせてください．

また，溶離液と混合することによって，不溶性物質を生成するような試料は，注入できませんのでご注意ください．

10. 理論段数，非対称係数の測定

カラムの理論段数，非対称係数及び測定条件は，検査票（INSPECTION DATA）記載のとおりです.

10-1　理論段数計算法

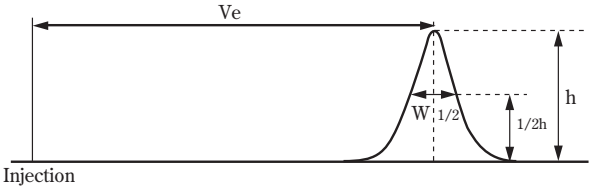

図 3　理論段数計算法

カラムの理論段数は，半値幅法により計算を行っており，カラム当たりの段数で表示してあります.

$N = 5.54 (Ve/W_{1/2})^2$

Ve　：溶出時間　　（min）

$W_{1/2}$ ：ピーク半値幅（min）

h　：ピーク高さ

N　：カラム当たりの理論段数

10-2　非対称係数計算法

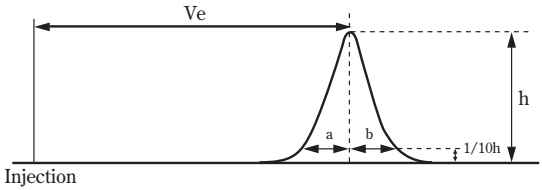

図 4　非対称係数計算法

カラムの非対称係数は，1/10h 法により計算を行っています.

$As = b/a$

As　：非対称係数

なお，カラム検定は，デッドボリュームを小さくした装置で測定しております．

デッドボリュームの大きい装置を使用した場合，又は注入量を多くした場合は，規格値よりも低い理論段数を示すことがありますので，ご注意ください．

11. ガードカラム

11-1 ガードカラムの設置効果

試料中に充てん剤に吸着する物質が存在する場合，それがカラムの入口側に吸着され，しだいに蓄積し，カラムの段数低下，性能変化の原因となります．このようなとき，分析カラムの入口側にあらかじめガードカラムを接続しておいた場合，ガードカラムを交換することで吸着物質により劣化した性能を元の状態に戻すことが可能となります．より確実にトラブル発生を防ぐためにガードカラムをご使用ください．

ガードカラムの使用効果としては，

① 脈流，異常流速，圧力の増減による分析カラムのトップオフ防止

② 吸着性物質，不溶性物質の除去による分析カラムの保護

などがあり，トラブル発生を防止できます．ただし，ガードカラムは，分析用カラムではありませんので，ガードカラムの接続により分離能が向上することを目的としておりません．あくまでもトラブル防止対策としてご使用ください．

11-2 ガードカラムの種類と選択

表 3 にガードカラムの種類を示します．分析カラムにより，使用するガードカラムが異なります．ガードカラムを正しく選択し，分析カラムの性能が十分発揮されるようご使用ください．

11-3 ガードカラムの交換

ガードカラムは，吸着容量に限界があり，寿命があります．分析カラムに汚染が及ぶ前に，早めに交換することが必要です．

交換の頻度は，使用目的，試料の性質（成分の性質，不純物の性質や量など），試料負荷量，溶離液，流速などの種々の要因に依存し，画一的に示すことはできません．

使用中におけるシステムの圧力上昇は，ガードカラムのエンドフィッティングのつまりや，ゲルの汚染を反映しますので，ある程度の圧力上昇が認められた場合，交換するのも一つの方法です．

測定データに変化が認められるようになった場合は，ただちに取り替えてください．

表３　ガードカラムの種類

品　番	品　　名	カラムサイズ 内径(mm)× 長さ(cm)	対象カラム
0022793	TSKguardcolumn SuperMP(PW)-N	4.6×3.5	TSKgel SuperMultiporePW-N
0022794	TSKguardcolumn SuperMP(PW)-M		TSKgel SuperMultiporePW-M
0022795	TSKguardcolumn SuperMP(PW)-H		TSKgel SuperMultiporePW-H
0022796	TSKguardcolumn SuperOligoPW		TSKgel SuperOligoPW

12. トラブル発生時の処置法

カラムの使用中，次のようなトラブルが発生した場合，次の手順に従って確認をし，適切な処置を行ってください．処置が適切であれば，初期状態に近い性能に回復することもありますが，カラムの寿命，吸着性物質，気泡の混入，乾燥，凍結などが原因の場合には，初期状態の性能は得られませんので，カラムの取扱いには十分な注意を払ってください．

12-1　分離能が急激に低下した場合

理論段数を測定してください．理論段数が正常であれば試料に原因があると思われます．

もし理論段数が異常であれば，カラムの性能低下と考えられますので，各カラムの理論段数を測定してください（その際，それぞれのカラムは気泡が入らないように，エンドフィッティングにエンドプラグをしておいてください）．

性能低下のカラムが見つかりましたら次の処置を行ってください．

12-2　洗浄による分離能の回復

長時間繰り返して測定しているうちに，溶出挙動がいちじるしく変化する場合がありますが，このような現象は，試料中の微量吸着成分が充てん剤表面に蓄積し表面状態が変化したために起こるものと考えられます．このような場合，性質の異なる溶媒で洗浄することにより分離能が回復することがあります．

次に洗浄方法の例を示します．

吸着現象と洗浄方法

⑴イオン性吸着（イオン性物質の除去）

塩濃度を上げて適切なイオン強度にする．(0.5 mol/L 以下)

⑵疎水性吸着（疎水性吸着物質の除去）

水溶性有機溶媒を用いる．(**6-2-3　有機溶媒**の項参照)

⑶塩基性物質の吸着

酸性水溶液（酢酸緩衝液など）を用いる．

上記の方法をすべて行いますと，頻繁な溶媒交換となり，カラムの劣化の原因となります．試料をよくご検討のうえ，最も適した方法で洗浄を行ってください．

13. 品質規格及び保証

13-1 検査票（INSPECTION DATA）

検定条件及び検定結果は，検査票記載のとおりです．このうち，理論段数はカラム当たりの理論段数で，圧力は検定流速での圧力を表示してあります．

13-2 品質規格

表 4 に示す規格で出荷されております．検定条件は検査票をご参照ください．

表 4 品質規格

品 番	品 名	カラムサイズ 内径(mm)×長さ(cm)	理論段数 (TP/Column)	非対称係数
0022789	TSKgel SuperMultiporePW-N	6.0×15	16,000	0.7～1.6
0022790	TSKgel SuperMultiporePW-M		12,000	
0022791	TSKgel SuperMultiporePW-H		7,000	
0022792	TSKgel SuperOligoPW		16,000	

13-3 保証

① 現品到着後，検査票に記載の条件で，カラムの理論段数及び非対称係数を確認してください.弊社の責任で規格値をはずれている場合には良品と交換いたします.

② 輸送中の事故などで,カラムに破損が認められる場合には良品と交換いたします.

③ 上記，品質不良につきましては現品到着後，２週間以内にご連絡ください.
２週間を過ぎた場合は良品としてお受取りいただいたものとみなします.

④ カラムの寿命については，保証の対象外といたします.

⑤ 商品の仕様は，改良のため予告なく変更することがあります.

14. おわりに

取扱説明書の内容に関して，ご不明な点又はご質問がありましたら，巻末の連絡先にご連絡ください.

以下の名称は東ソー株式会社の登録商標です．

HLC，TSK-GEL，TSKgel，TSKgel SuperMultipore，
BioAssist，Enantio，PStQuick，
エンバイロパック/Enviropak，トヨパール/TOYOPEARL，ToyoScreen，
TOYOPEARL GigaCap，トヨパールメガキャップ/TOYOPEARL MegaCap，
トヨパールパック/TOYOPEARLPAK，TOYOPAK

TOSOH

東ソー株式会社　バイオサイエンス事業部

東京本社　営業部　☎(03)5427−5180　〒105-8623　東京都港区芝３−８−２
大阪支店　バイオサイエンスG　☎(06)6209−1948　〒541-0043　大阪市中央区高麗橋4−4−9
名古屋支店　バイオサイエンスG　☎(052)211−5730　〒460-0003　名古屋市中区錦1−17−13
カスタマーサポートセンター　☎(0120)17−1200　〒252-1123　神奈川県綾瀬市早川2743−1

Printed in Japan

T1008-500